

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-281708

(43)Date of publication of application : 27.10.1995

(51)Int.Cl.

G05B 13/02
G05D 3/12

(21)Application number : 06-073222

(71)Applicant : NIPPONDENSO CO LTD

(22)Date of filing : 12.04.1994

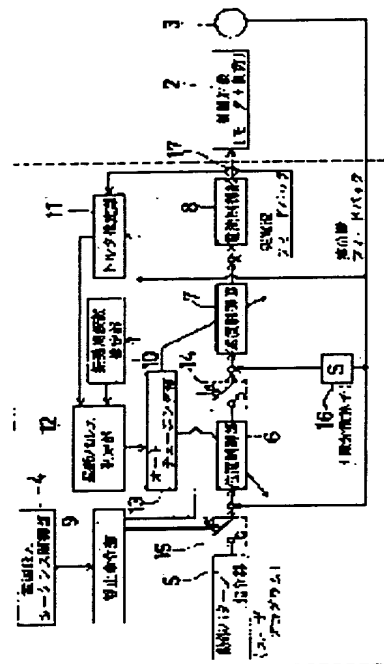
(72)Inventor : FUJIYOSHI KOJI

(54) AUTOTUNING CONTROLLER

(57)Abstract:

PURPOSE: To decide a control parameter for featuring the operational characteristics of a controlled system without being limited by the operational pattern of a real machine to which a servo motor is fitted.

CONSTITUTION: When a vibration amplitude a and a vibration frequency (x) of real velocity are estimated from the real position of a controlled system 2 (the position of the servo motor) to be detected by a position sensor 3, and the vibrating state of the controlled system 2 is decided from that estimated vibration amplitude a while a velocity command for stopping the controlled system is applied from a stop instruction part 9 to a velocity control part 7, a velocity control parameter is adjusted so that the vibration amplitude a can get lower than a previously set value. Concretely, when the vibration frequency (x) is lower than a fixed rate in comparison with a frequency f_s of sampling time at the velocity control part 7, the velocity control parameter is gradually enlarged but when the vibration frequency (x) is higher than the fixed rate in comparison with the frequency f_s , the velocity control parameter is gradually reduced.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.01.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2937007

[Date of registration] 11.06.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-73222

(43)公開日 平成 6 年(1994) 3 月15日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 J 9/12	C E Q	9268-4F		
// C 0 8 L 7:00				
9:00				
23:10				

審査請求 未請求 請求項の数16(全 4 頁)

(21)出願番号	特願平3-258060	(71)出願人	591162239 アドバンスド エラストマー システム ズ, エル. ビー. アメリカ合衆国ミズーリ州セント ルイ ス, メリービル センタードライブ 540
(22)出願日	平成 3 年(1991)10月 4 日	(72)発明者	ゲリィ リン ダムボウルド アメリカ合衆国オハイオ州パーパートン, エス. イー. ファースト ストリート 24
(31)優先権主張番号	6 6 8 5 6 1	(74)代理人	弁理士 浅村 皓 (外 3 名)
(32)優先日	1991年 3 月13日		
(33)優先権主張国	米国 (U S)		

(54)【発明の名称】 熱可塑性エラストマー組成物の発泡方法

(57)【要約】

【目的】 結晶質ポリオレフィンおよびゴムのブレンドから成る熱可塑性エラストマー組成物から、水を唯一の発泡剤として発泡熱可塑性エラストマーを製造する。

【構成】 90～10重量部のゴムおよび10～90重量部の結晶質ポリオレフィンのブレンドを、ポリオレフィンの融点以上の温度に加熱溶解させ、加圧下で水を混合し、大気圧まで開放することによって発泡させる。得られた発泡体は、良好な気泡構造、低密度および高率の独立気泡を有する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 10～90重量部の結晶質ポリオレフィンプラスチックおよびそれに応じて90～10重量部のゴムの混合物から成る熱可塑性エラストマー組成物を発泡させる方法であって、

(A) 該組成物を前記のプラスチックの融点以上の温度に加熱し、

(B) 加圧下で該組成物に0.1～10重量%の水を混合し、そして

(C) 該混合物を大気圧まで開放する

逐次工程から成ることを特徴とする前記の方法。

【請求項2】 炭酸水素ナトリウム、液体炭化水素、クロロフルオロカーボン、水素化クロロフルオロカーボンおよび化学発泡剤から選ばれる他の発泡剤の不存在下で行う請求項1の方法。

【請求項3】 ゴムがブチル、ハロブチル、EPDM、EPR、NBRまたは天然ゴムまたはこれらの2種以上の組合せである請求項1の方法。

【請求項4】 ゴムが少なくとも部分的に加硫されている請求項3の方法。

【請求項5】 ゴムが非硫黄加硫系によって加硫されている請求項3の方法。

【請求項6】 ゴムが完全に加硫されている請求項3の方法。

【請求項7】 ゴムが50μm未満の平均直径を有する離散粒子の形態である請求項6の方法。

【請求項8】 ゴムが油または充填剤を含有する請求項3の方法。

【請求項9】 水の量が、かように製造された発泡体の密度を組成物の密度の10～70%まで減少させるのに十分な量である請求項1の方法。

【請求項10】 工程(8)の間、圧力が水を液体状態に維持するのに十分である請求項1の方法。

【請求項11】 ゴムを過酸化硬化剤によって加硫する請求項4の方法。

【請求項12】 ゴムをフェノール硬化剤によって加硫する請求項4の方法。

【請求項13】 フェノール硬化剤が、メチロールフェノール樹脂およびLeis酸から成る請求項12の方法。

【請求項14】 連続工程である請求項1の方法。

【請求項15】 混合用押出機を使用して行う請求項10の方法。

【請求項16】 水が、使用する唯一の発泡剤である請求項1の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】本発明は、発泡熱可塑性エラストマーの製造方法およびかように製造された発泡体に関する。かような発泡組成物は、未発泡熱可塑性エラストマー自体と比較して減少した密度、大きい可撓性および柔軟な感触の利点を有する。

【0002】

【本発明の背景】熱可塑性エラストマーは、発泡剤として化学発泡剤、低沸点炭化水素またはクロロフルオロカーボンを使用して発泡させてきた。これらのすべては、非効率、高価格、使用の困難性およびさらに最近には環境的配慮に基づく欠点を有する。クロロフルオロカーボンは、熱可塑性エラストマーの発泡用として広く、かつ、有効に使用されてきたが、オゾン層に対するそれらの認識された脅威のため、環境的災害または他の欠点の存在しない代替発泡方法の探求が促進されている。

【0003】

【本発明の要約】驚ろくべきことに、熱可塑性エラストマーが、これらをその融点以上の温度に加熱し、加圧下で少量の水を配合し、次いで混合物を大気圧まで開放することによって発泡させることができることを見出した。唯一の発泡剤として水を使用してすぐれた発泡が得られる。

【0004】本発明の方法によって発泡させることができる熱可塑性エラストマーは、10～90重量部のゴムが存在する結晶質ポリオレフィンプラスチックおよびゴムのブレンドである。結晶質ポリオレフィンプラスチックは、1～4個の炭素原子を含有するα-オレフィンのホモポリマーまたは2種以上のかようなα-オレフィンのコポリマーのいずれかである。これらのプラスチックの典型は、ポリエチレンまたはポリプロピレンであるが、エチレンまたはプロピレンのいずれかと少量の高級α-オレフィンとのコポリマーも使用できる。ポリプロピレンが好ましい。使用されるプラスチックの結晶質性は、高引張強さおよび熱可塑性のようなブレンドに対して良好な性質を付与する傾向がある。

【0005】発泡ブレンドにおいて有用なゴムには、ブチルゴム、ハロブチルゴムEPDMおよびEPRゴム、アクリロニトリル/ブタジエン ゴム(NBR)および天然ゴムが含まれる。異種のゴムの2種以上の組合せも使用できる。本発明の方法によって上首尾に発泡できる熱可塑性エラストマーは、開示が本明細書の参考になる特に、U. S. P. 4, 104, 210; 4, 130, 534; 4, 130, 535; 4, 299, 931; および4, 311, 628に記載されている。U. S. P. 3, 806, 558および3, 862, 056に記載されているような結晶質ポリオレフィンプラスチックと部分加硫ゴムのブレンドおよび結晶質ポリオレフィンプラスチックと未加硫EPRまたはEPDMゴムのブレンドも有用である。これらの熱可塑性エラストマーにおいて、ゴム：プラスチック比は、90：10のように高いかまたは10：90のように低くてもよいが、85：15～20：80の比が好ましい。典型的には、比較的柔軟、可撓性製品が望ましく、従って、65：35～85：15のようなゴム：プラスチックの高い比を有する比較的柔軟な等級の熱可塑性エラストマーが好ましい。

熱可塑性エラストマーは、所望により、油、ワックス、充填剤、着色剤、分解防止剤などのような他の成分を含有できる。

【0006】熱可塑性エラストマーは、架橋または加硫形態におけるゴムを含有する必要はないが、ゴムは少なくとも部分加硫されていることが好ましく、さらに好ましくは完全加硫されていることである。現在商用として使用されている大部分の種類のゴムは、硫黄硬化剤（すなわち、硫黄、促進剤および酸化亜鉛）で架橋でき、かつ、架橋されるが、幾つかの理由のため本発明の方法において使用される熱可塑性エラストマーにおいてはこの系は好ましくない。第1に他の硬化剤系の方がこの種の熱可塑性エラストマーに良好な特性を付与することおよび第2に硫黄加硫からの残留臭気が不快であることが見出されている。本発明の方法の熱可塑性エラストマー用の好ましい硬化剤は、過酸化物硬化剤およびフェノール樹脂硬化剤であり、このうち後者が特に好ましい。酸化亜鉛は、ハロブチルゴム用の有効な硬化剤である。フェノール硬化剤系には、メチロールフェノール樹脂および活性剤が含まれる。活性剤は好ましくは、Lewis 酸である。好ましい種類の熱可塑性エラストマーは、U. S. P. 4, 311, 628 に詳細に記載されている。

【0007】本発明の方法において有効である商用熱可塑性エラストマーには、特に、TREFSIN、SANTOPRENE、GEOLAST、VYRAM、およびTPRの登録商標名でAdvanced Elastomer Systems, L. P.によって製造、販売されているものが含まれる。

【0008】本発明の方法では、プラスチックの融点以上の温度に加熱すべき熱可塑性エラストマー組成物を最初に必要とする。この工程は押出機中におけるような組成物の取扱および輸送が可能になり、さらに本発明においては水である発泡剤を組成物に混合できるようにする。この工程においては、0.1～10重量%の水を添加し、組成物と緊密に混合する。0.1重量%未満の水では、本方法において無効であると見放される少程度の発泡しか得られないことが見出されている。これに反して、10重量%を超える量の水では、実用の値としての強さが不十分である使用できない製品が生成される。水の所望量は、完成発泡体の密度に基づいて容易に計算でき、かつ、最小の実験で確認できる。出発組成物の密度に基づいて10～70%の密度減少が得られることが通常望ましく；この結果は上記した水添加量の以内で達成できる。水はそれ自体混合できる、または水は少量の洗浄剤、界面活性剤またはエチレングリコールのようなグリコールとの組合せで添加できる。本方法においては他の発泡剤を使用する必要はない。

【0009】本発明の方法は、混合用押出機を使用する連続操作に良く適している。この方法はバッチ方式で行うことも考えられるが連続製造がはるかに好ましい。

【0010】組成物は水が添加されたとき、プラスチック

クの融点より高い温度（典型的には、実質的に100℃以上）であるから、水を液体状態に保持するために混合物を加圧する必要がある。使用する実際の温度によって、所要圧力は容易に計算でき、かつ、通常は過度ではない。約100～約250℃の温度で、この圧力の高さは典型的の混合用押出機によって得られる。

【0011】組成物に水が混合されたとき、本方法は組成物および水の混合物を大気圧まで開放することによって完結する。この工程は混合物を付形ダイを通して押出して形材を形成するような付形操作と組合わせることができ、かつ、これが通常である。この方法においては、ガasket またシール用ストリップとしての用途がある発泡熱可塑性エラストマーのストリップが製造される。あるいはまた、混合物を金型中に射出し発泡熱可塑性部材を製造することもできる。

【0012】

【詳細な説明】次の例を参照することによって本発明のさらに完全な説明が得られる。例においてすべての部およびパーセントは重量で示し、温度はCelsius 度で示す。

【0013】例1

一連の発泡実験において5-帯域、直径31.75mmの単一スクリー押出機を使用した。押出機は、30/1のL/D比を有した。供給量は1時間当たり3～6kgの熱可塑性エラストマーであり、1時間当たり90～225gの発泡剤を帯域2および3の間に注入した。押出機の出口端で、得られた混合物を直径2.39mmの円形ダイを通して開放した。ダイヘッドで少なくとも約2.8MPaの圧力を経験し；発泡剤はこのダイヘッド圧力で約4回注入した。熱可塑性エラストマーA（TPEA）は、ポリプロピレンと完全フェノール加硫、粒状EPDMゴムとの約72/28のゴム/プラスチック比のブレンドであった。組成物は油および充填剤を含有し、かつ、0.97g/ccの密度を有した。熱可塑性エラストマーB（TPEB）は、EPDMゴムが部分的にのみ加硫されている同様なブレンドであった。これは1.00g/ccの密度を有した。熱可塑性エラストマーC（TPEC）は、EPDMゴムが加硫されておらず、かつ、組成物が硬化剤を含有しないのを除いてこれも前記と同様であった。これは0.89g/ccの密度を有した。

【0014】実験は3種の異なる発泡剤：水（W）、10%のDowfax（商標）L-520〔シリコーン界面活性剤（WD）〕を含有する水およびRacon 11〔クロロフルオロカーボン（CFC）〕を使用して行った。

【0015】全試料は良好な発泡構造を示した：気泡は微細、かつ、比較的均一であった。発泡試料の密度測定を行い、これらを23℃の水中に24時間浸漬し、再び重量を測定することによって水の吸水率を測定した。水吸水率の低い値は高比率の気泡が連続気泡でなく、独立気泡であることを示している。自動車のドアシーล用

のような用途に対しては高比率の独立気泡が特に利点がある。実験条件および結果を表1に示す。

* 【0016】

* 【表1】

実験	1	2	3	4	5	6	7	8	9
TPE-種類	A	A	A	B	B	B	C	C	C
TPE-流れ	5.6	5.3	5.2	3.8	3.0	4.6	4.9	3.5	4.5
Kq/ 時間	W	WD	CFC	W	WD	CFC	W	WD	CFC
発泡剤、種類	91	91	190	222	110	450	222	222	450
発泡剤、q/時間									
ダイ温度、°C	174	174	171	157	135	135	157	157	135
ダイ圧力、MPa	5.5	4.6	2.9	4.7	2.8	1.9	9.4	7.2	5.2
発泡体密度、g/cc	0.29	0.37	0.39	0.30	0.29	0.38	0.6	0.56	0.51
水吸収率、%	2.3	3.2	1.8	1.4	8.9	16.2	1.6	2.0	17.8

【0017】これらの結果は、一般的に、水単独、水と界面活性剤のいずれかの水は、ポリオレフィン基剤熱可塑性エラストマーから比較的低密度の発泡体製造において他の発泡剤なしでも有効であることを示している。

【0018】関連実験において、ポリプロピレン単独およびポリエチレン単独での発泡を試みた。いずれも成功しなかった；ダイヘッドを通過後短時間で泡は潰れ、得られた物質は高い密度および不良な気泡構造を有した。

I D S 資料に関するご連絡

2001/11/15

J S R 株式会社
知的財産部 御中
(御担当：園部 様)

〒456-0031

名古屋市熱田区神宮3-7-26 熱田大同生命ビル2階

小島国際特許事務所 弁理士 小島清路

TEL. 052-682-8361 FAX. 052-682-8360

E-mail: VZL04372@nifty.ne.jp

貴社番号: F-750US

整理番号: FP0170US-JS

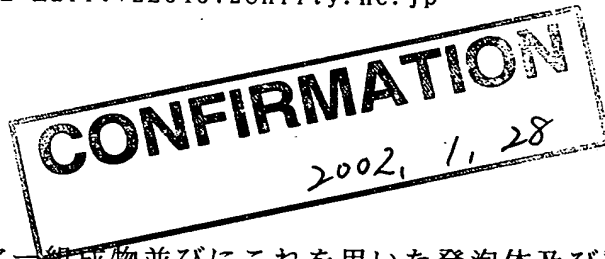
基礎出願: H12- 56554

出願番号: 09/926, 426

出 願 日: 2001/03/01

発明名称: 熱可塑性エラストマー組成物並びにこれを用いた発泡体及び発泡体の
製造方法

関連出願: PCT/JP01/01566



前略 いつもお世話になり有り難うございます。
標記の米国出願に関しまして、下記の通り I D S 資料を挙げましたのでご確認を
お願い致します。追加すべきものがありましたら、併せてお知らせ下さい。

ご回答を頂いてから資料の準備を致しますので、来る 13 年 12 月 26 日頃まで
にご連絡頂きたく存じます。尚、I D S 資料提出期限は、14 年 1 月 31 日
までです。

草々

記

1. 特開平 0 6 - 0 7 3 2 2 2

園部 様
※ 上記に関して、再度、ご連絡するのをおくって申し訳
ありません。今日中に、ご回答を頂ければと存じます。
もし、ご連絡がない場合は、上記1件を提出するおりに
依頼致します。追加分があれば、後日、提出依頼を
致しますので、ご了承下さい。
小島 めぐみ